

KAISERLICHES



PATENTAMT.

PATENTSCHRIFT

— № 135016 —

KLASSE 22 a. *2*

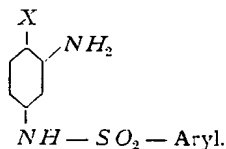
AUSGEGEBEN DEN 10. OKTOBER 1902.

AKTIEN-GESELLSCHAFT FÜR ANILIN-FABRIKATION IN BERLIN.

Verfahren zur Darstellung beizenfärbender Monoazofarbstoffe für Wolle.

Patentirt im Deutschen Reiche vom 7. August 1901 ab.

Es wurde gefunden, dafs man beizenfärbende Azofarbstoffe für Wolle von grofser Echtheit erhält, wenn man die Diazoverbindungen von Nitroderivaten des o-Amidophenols mit m-Amido-arylsulfamiden combinirt, in denen die Parastellung zu der Arylsulfamidgruppe besetzt ist, und welchen demnach die folgende Constitutionformel zukommt:

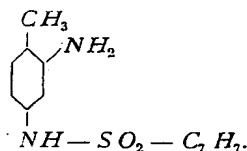


Die auf diesem Wege erhaltenen Farbstoffe erzeugen auf Wolle unter Anwendung von Chrombeizen Nüancen, welche je nach Wahl der Componenten zwischen einem gelblichen Roth und einem violetten Bordeaux schwanken.

Die Darstellung der als Ausgangsmaterial dienenden m-Amido-arylsulfamide soll das folgende Beispiel erläutern:

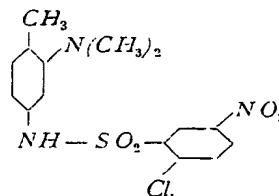
15,2 Theile o-Nitro-p-toluidin werden in Wasser suspendirt; zu der auf dem Wasserbade erwärmten Lösung giebt man unter starkem Umrühren 20 Theile p-Toluolsulfochlorid zu und trägt, um die Reaction zu vervollständigen, nach einiger Zeit nach und nach 6 Theile Soda ein. Das Reactionsprodukt ist zum grössten Theile ausgeschieden und kann durch Lösen in verdünnter Natronlauge und Fällen mit Salzsäure gereinigt werden. Es zeigt den Schmelzpunkt 164°. Durch reducirende Mittel, wie z. B. Zinkstaub und Salzsäure bezw. Essig-

säure, wird dieser Körper in das Amidosulfamid folgender Constitution übergeführt:



Dasselbe ist sowohl in verdünnter Natronlauge, wie in Mineralsäuren löslich, kann aber aus diesen Lösungen durch Zusatz von Essigsäure bezw. Natriumacetat gefällt werden. Es stellt ein weisses krystallinisches Pulver vor, das bei 160° schmilzt.

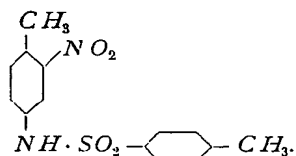
Geht man bei der Darstellung der Amido-arylsulfamide von einem unsymmetrisch substituirten m-Diamin aus, so kommt selbstverständlich die nachfolgende Reduction der Nitrogruppe in Wegfall. So entsteht beim Behandeln des o-Dimethylamido-p-amidotoluols in wässriger Suspension auf dem Wasserbade mit 2-Chlor-5-Nitrobenzolsulfochlorid (Beilstein, III. Aufl. II, S. 127) direct das Sulfamid folgender Constitution:



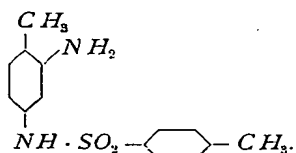
Dasselbe löst sich leicht in Soda und schmilzt bei 144°.

In analoger Weise erhält man die in nachstehenden Beispielen erwähnten übrigen Amidoarylsulfamide, welche in ihrem allgemeinen Verhalten den eben beschriebenen Körpern gleichen.

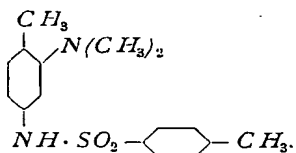
Nr. I. o-Nitro-p-toluol-p-sulfamidotoluol



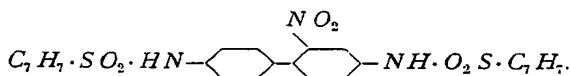
Nr. Ia. o-Amido-p-toluol-p-sulfamidotoluol



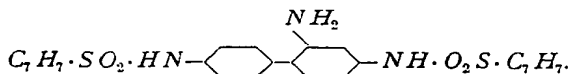
Nr. II. o-Dimethylamido-p-toluol-p-sulfamidotoluol



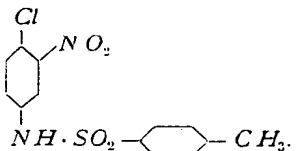
Nr. III. Di-p-toluol-p-Sulfamido-m-Nitrobenzidin



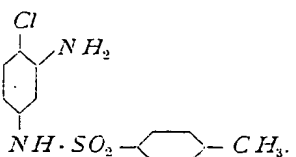
Nr. IIIa. Di-p-toluol-p-Sulfamido-m-Amido-benzidin



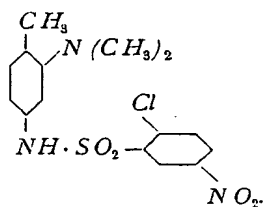
Nr. IV. o-Nitro-p-toluol-p-Sulfamidochlorbenzol



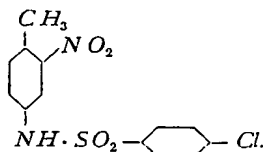
Nr. IVa. o-Amido-p-toluol-p-Sulfamidochlorbenzol



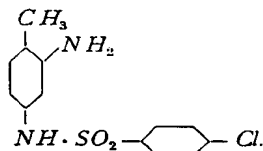
Nr. V. o-Dimethylamido-1-Chlor-5-Nitrobenzol-p-Sulfamidotoluol



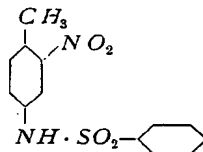
Nr. VI. o-Nitro-p-Chlorbenzol-p-Sulfamidotoluol



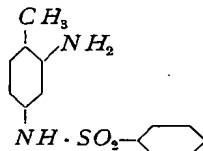
Nr. VIa. o-Amido-p-Chlorbenzol-p-Sulfamidotoluol



Nr. VII. o-Nitro-Benzol-p-Sulfamidotoluol



Nr. VIIa. o-Amido-Benzol-p-Sulfamidotoluol



Beispiel I:

Farbstoff Pikraminsäure-azo-o-Amido-p-toluol-p-sulfamidotoluol.

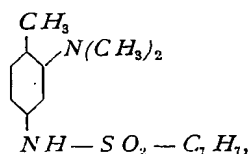
27,3 kg p-Toluolsulfamido-amidotoluol werden in ca. 500 l Wasser unter Zusatz von 4 kg Actznatron gelöst. Zu dieser Lösung werden dann noch 11 kg Soda zugefügt, und man läßt alsdann unter gutem Rühren die aus 21,4 kg Pikraminsäure erhaltene Diazoverbindung langsam einlaufen. Der dabei entstehende Farbstoff scheidet sich aus und wird durch Filtriren von den Mutterlaugen getrennt. Er färbt Wolle ohne Anwendung von Beizen dunkelroth; beim Nachchromiren oder bei dem

Färben nach der durch D. R. P. 122284 bekannt gewordenen Methode wird die Nüance bläulichiger, und die Färbungen werden echt gegen Licht, Walke, Decatur und schweflige Säure.

Beispiel II:

Farbstoff Pikraminsäure-azo-o-Dimethylamido-p-toluol-p-sulfamidotoluol.

Die Diazoverbindung aus 21,4 kg Pikraminsäure wird in gleicher Weise wie vorstehend beschrieben mit p-Toluol-sulfamidodimethylamidotoluol (Schmelzpunkt 124°)

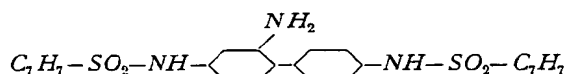


welches aus p-Toluolsulfochlorid und unsymmetrisch dimethylierem m-Toluyldiamin erhalten wird, combinirt; es entsteht ein Farbstoff, der auf Wolle mittelst Chrombeizen ein echtes tiefviolett Bordeaux liefert.

Beispiel III:

Farbstoff Pikraminsäure-azo-Di-p-toluol-p-sulfamido-m-amidobenzidin.

m-Nitrobenzidin liefert bei der Einwirkung von 2 Mol. p-Toluolsulfochlorid ein bei 164° schmelzendes Zwischenprodukt, welches durch darauf folgende Reduction in das bei 198° schmelzende Di-p-Toluolsulfamido-amidodiphenyl folgender Constitution:



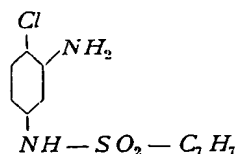
übergeführt wird. Läßt man auf 41 kg dieses Produktes, welches mit der erforderlichen Menge Natronlauge in ca. 1000 l Wasser gelöst wurde, die Diazoverbindung aus 21,4 kg Pikraminsäure in einer durch Soda alkalisch gehaltenen Lösung einwirken, so entsteht ein Farbstoff, welcher auf Wolle bei Gegenwart von Chrombeizen tiefviolette Bordeauxtöne erzeugt.

Beispiel IV:

Farbstoff Pikraminsäure-azo-o-Amido-p-toluol-p-sulfamidochlorbenzol.

Durch Wechselwirkung von o-Nitro-p-amidochlorbenzol (Ber. XX, 1379) und p-Toluolsulfochlorid entsteht ein Reaktionsprodukt, welches bei 142° schmilzt und durch darauf folgende Reduction das bei 128° schmelzende

o-Amido-p-toluol-p-sulfamidochlorbenzol folgender Formel:



liefert. Wenn 31,5 kg des letzteren in der vorstehend beschriebenen Weise mit der Diazoverbindung aus 21,4 kg Pikraminsäure combinirt werden, entsteht ein Farbstoff, welcher auf Wolle unter Anwendung von Chrombeizen ein echtes, gelbstichiges Bordeaux erzeugt.

Beispiel V:

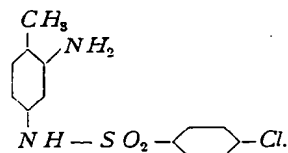
Farbstoff Pikraminsäure-azo-o-Dimethylamido-1-Chlor-5-Nitrobenzol-p-sulfamidotoluol.

37 kg o-Dimethylamido-1-Chlor-5-Nitrobenzol-p-sulfamidotoluol (F. P. 144°) werden mit 4 kg Aetznatron in 400 l Wasser gelöst und nach vorherigem Zusatz von 11 kg Soda werden zu dieser Lösung 21,4 kg diazotirte Pikraminsäure langsam hinzugegeben. Der erhaltene Farbstoff färbt gebeizte Wolle tiefviolett.

Beispiel VI:

Farbstoff Nitroamidophenol-azo-o-Amido-p-chlorbenzol-p-sulfamidotoluol.

Aus dem o-Nitro-p-amidotoluol und p-Chlorbenzolsulfochlorid (Beilstein, III. Aufl., Bd. II, S. 118) entsteht zunächst ein bei 137° schmelzendes Combinationsprodukt, welches durch Reduction mit Zinkstaub und Salzsäure in das o-Amido-p-chlorbenzol-p-sulfamidotoluol folgender Formel übergeht:



Der so erhaltene Körper schmilzt bei 121°.

29,6 kg dieses Produktes werden mit der Diazoverbindung aus 15,4 kg p-Nitro-o-Amidophenol combinirt. Der erhaltene Farbstoff erzeugt auf Wolle unter Verwendung von Chrombeizen ein Bordeaux.

Beispiel VII:

Farbstoff 4-Nitro-6-amidosalicylsäure-azo-o-Amidobenzol-p-sulfamidotoluol.

Das als Ausgangsmaterial für diesen Farbstoff dienende Amidosulfamid wird dargestellt durch

Einwirkung von Benzolsulfochlorid auf o-Nitro-p-Amidotoluol; das zunächst erhaltene Reaktionsprodukt, welches bei 160° schmilzt, liefert bei der Reduction das bei 138° schmelzende o-Amidobenzol-p-sulfamidotoluol.

26,2 kg des zuletzt genannten Produktes werden, am zweckmäßigsten in schwach ätzalkalischer Lösung, mit der Diazoverbindung aus 10 kg 4-Nitro-6-amidosalicylsäure combinirt. Der entstehende Farbstoff färbt chrom-

gebeizte Wolle in lebhaften gelblich rothen Tönen an.

PATENT-ANSPRUCH:

Verfahren zur Darstellung von beizenfärbenden Monoazofarbstoffen, darin bestehend, daß man die Diazoverbindung von Nitroderivaten des o-Amidophenols einwirken läßt auf m-Amidoarylsulfamide, in welchen die Parastellung zur Sulfamidogruppe besetzt ist.